

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2002-332383  
(P2002-332383A)

(43)公開日 平成14年11月22日 (2002.11.22)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 0 8 L 23/00  
C 0 8 K 5/098  
5/527

識別記号

F I  
C 0 8 L 23/00  
C 0 8 K 5/098  
5/527

テマコト<sup>8</sup>(参考)  
4 J 0 0 2

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 11 頁)

(21)出願番号 特願2001-171934(P2001-171934)  
(22)出願日 平成13年6月7日(2001.6.7)  
(31)優先権主張番号 特願2001-66474(P2001-66474)  
(32)優先日 平成13年3月9日(2001.3.9)  
(33)優先権主張国 日本 (JP)

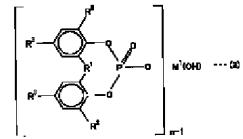
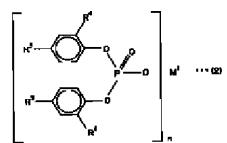
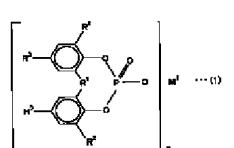
(71)出願人 000183657  
出光石油化学株式会社  
東京都墨田区横網一丁目6番1号  
(72)発明者 近藤 剛  
千葉県市原市姉崎海岸1番地1  
(74)代理人 100078732  
弁理士 大谷 保

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリオレフィン系樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】 物性と耐腐食性とに優れる 系樹脂組成物を提供すること。  
【解決手段】 (A) 系触媒を用いて製造された樹脂、(B)  
【化1】



(例えばR<sup>1</sup>は 基、R<sup>2</sup>～R<sup>5</sup>は 基、M<sup>1</sup>は1-3

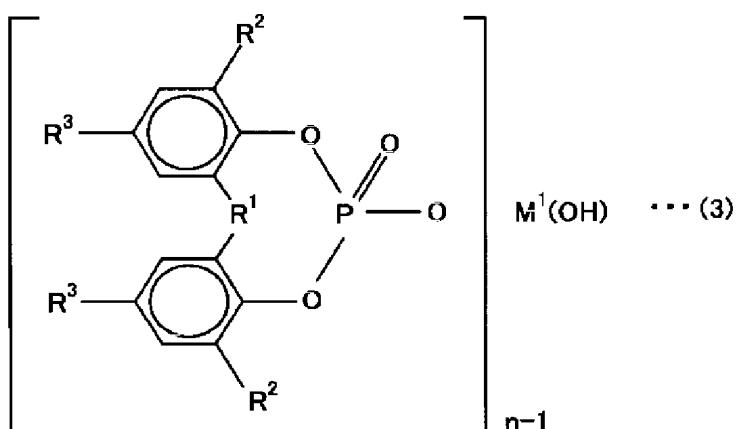
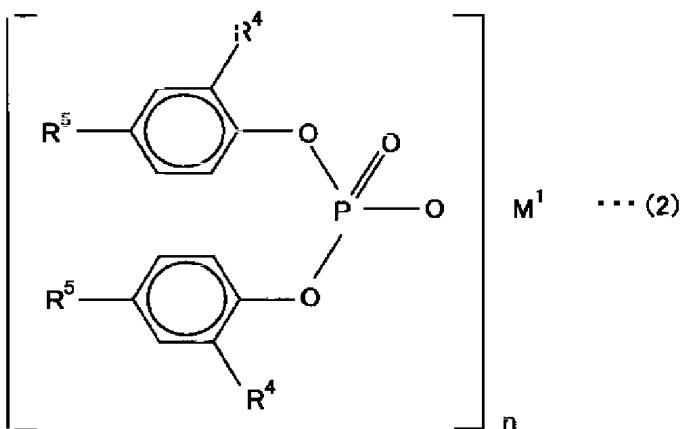
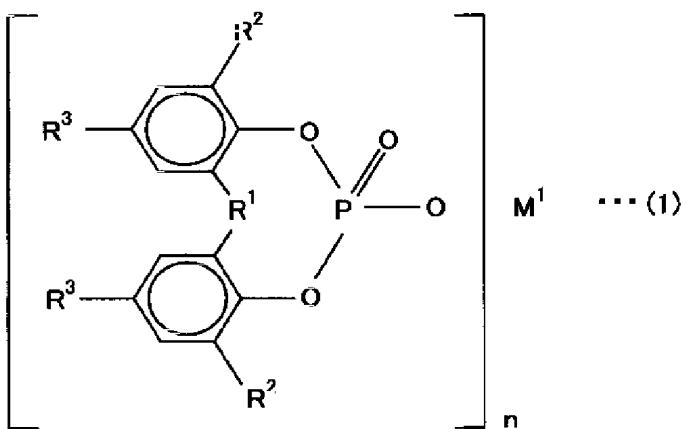
価の金属原子、nはM<sup>1</sup>の値数)で表される環状酸化合物及び(C) (RCOO)<sub>m</sub>M<sup>2</sup> (例えばRは炭素数が8～23で、C-C不飽和結合の数が3以下の不飽和炭化水素残基、M<sup>2</sup>は周期律表第2族の金属元素、mはM<sup>2</sup>の値数)で表される金属石鹼を配合してなる組成物であって、蛍光X線法により検出される(A)中の残留塩素濃度をXppm (重量ppm、以下同様)、該組成物中の(B)の濃度をYppm、(C)の濃度をZppm、分子量をBとしたときに、XB/7 1≤Z<2Yを満たし、かつ(B)の含有量が、組成物中100～5000ppmである 系樹脂組成物である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) チーグラー系触媒を用いて製造されたポリオレフィン樹脂、(B) 一般式(1)、(2)

又は(3)

【化1】



(式中、R<sup>1</sup> は直接結合、硫黄原子又は炭素数1～9のアルキレン基若しくはアルキリデン基を示し、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup> 及びR<sup>5</sup> は水素原子又は炭素数1～8のアルキル基を示し、M<sup>1</sup> は1～3価の金属原子を示し、nはM<sup>1</sup> の価数である。) で表される環状リン酸エステル化合物及び(C) 一般式(4)

(RCOO)<sub>m</sub>M<sup>2</sup> ... (4)

(式中、Rは炭素数が8～23で、炭素一炭素不飽和結合の数が3以下の不飽和又は飽和炭化水素残基を示し、M<sup>2</sup> は周期律表第2、3、12又は13族の金属元素を示し、mはM<sup>2</sup> の価数である。) で表される金属石鹼を配合してなるポリオレフィン系樹脂組成物であって、蛍光X線法により検出される(A)成分中の残留塩素濃度をX(重量ppm)、該組成物中の(B)成分の濃度を

Y(重量ppm)、(C)成分の濃度をZ(重量ppm)及び(C)成分の分子量をBとしたときに、下記式  
$$(X \times B) / 71 \leq Z < 2Y$$

を満たし、かつ(B)成分の含有量が、ポリオレフィン系樹脂組成物中100~5000重量ppmであることを特徴とするポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項2】 (B)成分の含有量が、ポリオレフィン系樹脂組成物中200~2000ppmである請求項1に記載のポリオレフィン系樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、低成本で、かつ環状リン酸エステル化合物の造核作用によって優れた剛性、硬度及び透明性が発現されるポリオレフィン系樹脂組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、ポリオレフィン樹脂の製造に用いる触媒として、高活性のものが開発され、このため製造工程において脱灰や洗浄の工程を必要としなくなった。これに伴い、ポリオレフィン樹脂中に触媒残渣である塩素が残留するようになった。この残留塩素は、成形金型を腐食させる要因となり、このような腐食を防止するために、ステアリン酸カルシウム等の金属石鹼をポリオレフィン樹脂に添加するという処方がなされている。また、ポリオレフィン樹脂の剛性や透明性を向上させるためには、環状リン酸エステル化合物等の造核剤を添加することが有効であり、金属石鹼と環状リン酸エステル化合物を混在させると、耐腐食性、剛性及び透明性に優れるポリオレフィン樹脂が得られることが期待される。しかしながら、金属石鹼と環状リン酸エステル化合物が混在する系では、金属石鹼がポリオレフィン樹脂中の塩素が中和された後も多量に残存していると、金属石鹼と環状リン酸エステル化合物と反応し、この反応により環状

リン酸エステル化合物の構造が変化する。この変化により、環状リン酸エステル化合物を添加することにより得られる効果が低減する。このような反応を防ぐために金属石鹼の添加量を減少させると、金属石鹼の添加量が、ポリオレフィン樹脂中の塩素を中和させるには不十分な量である場合、環状リン酸エステル化合物がポリオレフィン樹脂中の塩素と反応するため、環状リン酸エステル化合物の添加による効果が低減することを回避することができないという問題がある。

【0003】

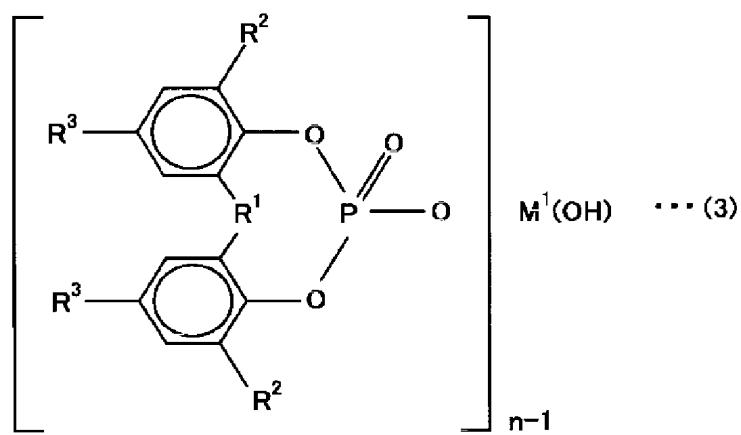
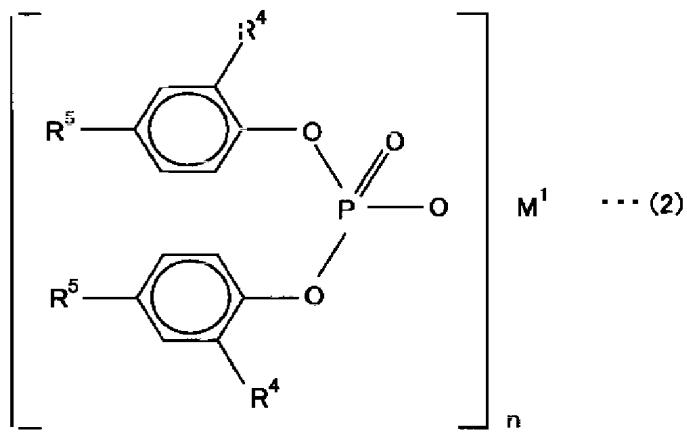
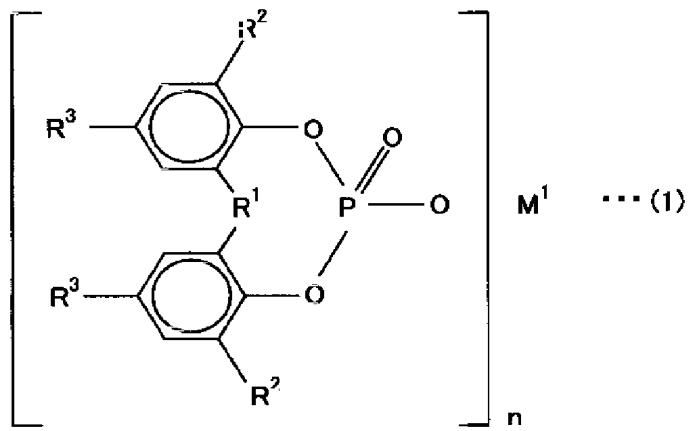
【発明が解決しようとする課題】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、物性と耐腐食性とのバランスに優れたポリオレフィン系樹脂組成物を提供するとを目的とするものである。

【0004】

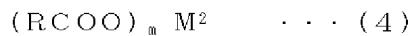
【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成するために銳意研究を重ねた結果、チーグラー系触媒を用いて製造されたポリオレフィン樹脂、金属石鹼及び環状リン酸エステル化合物からなるポリオレフィン系樹脂組成物において、環状リン酸エステル化合物の含有量が一定の範囲にあり、かつ金属石鹼のモル濃度が、ポリオレフィン樹脂に含まれる残留塩素のモル濃度と環状リン酸エステル化合物のモル濃度に対して一定の範囲にあるように、環状リン酸エステル化合物及び金属石鹼の配合量を規定することにより、物性と耐腐食性とのバランスに優れたポリオレフィン系樹脂組成物を得られることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成したものである。すなわち、本発明は、(A)チーグラー系触媒を用いて製造されたポリオレフィン樹脂、(B)一般式(1)、(2)又は(3)

【0005】

【化2】



【0006】(式中、R<sup>1</sup>は直接結合、硫黄原子又は炭素数1～9のアルキレン基若しくはアルキリデン基を示し、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>は水素原子又は炭素数1～8のアルキル基を示し、M<sup>1</sup>は1～3価の金属原子を示し、nはM<sup>1</sup>の価数である。)で表される環状リン酸エステル化合物及び(C)一般式(4)



(式中、Rは炭素数が8～23で、炭素一炭素不飽和結合の数が3以下の不飽和又は飽和炭化水素残基を示し、M<sup>2</sup>は周期律表第2、3、12又は13族の金属元素を

示し、mはM<sup>2</sup>の価数である。)で表される金属石鹼を配合してなるポリオレフィン系樹脂組成物であって、蛍光X線法により検出される(A)成分中の残留塩素濃度をX(重量ppm)、該組成物中の(B)成分の濃度をY(重量ppm)、(C)成分の濃度をZ(重量ppm)及び(C)成分の分子量をBとしたときに、下記式  $(X \times B) / 71 \leq Z < 2Y$  を満たし、かつ(B)成分の含有量が、ポリオレフィン系樹脂組成物中100～5000重量ppmであることを特徴とするポリオレフィン系樹脂組成物を提供するも

のである。

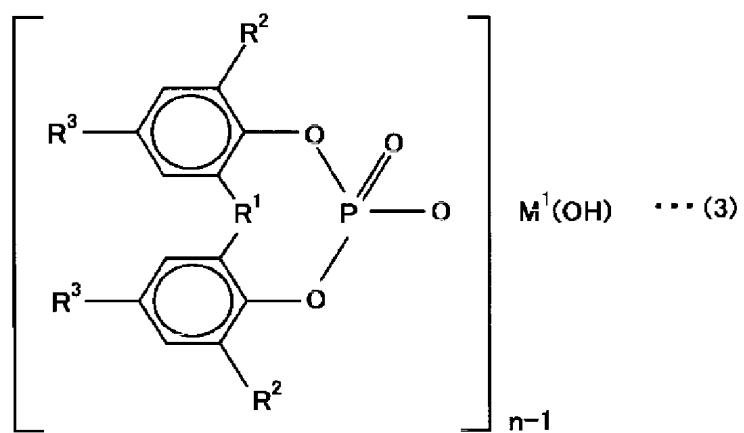
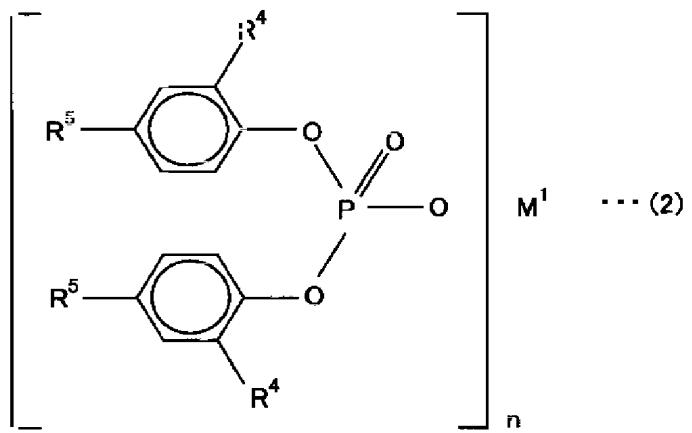
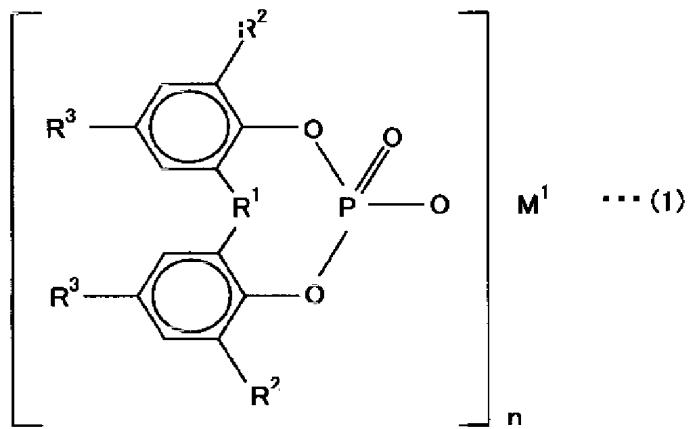
【0007】

【発明の実施の形態】本発明で用いる（A）成分のポリオレフィン樹脂は、チーグラー系触媒を用いて製造されたものを用いる。チーグラー触媒は、例えば遷移金属ハライドとアルミニウム、アルカリ土類金属もしくはアルカリ金属などのアルキル化物とを組合せた触媒であり、（A）成分のポリオレフィン樹脂としては、このような触媒を用いて公知の方法により製造ものを用いることができる。ポリオレフィン樹脂としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、プロピレン-エチレン共重合体、プロ

ピレン-エチレン-ジエン共重合体、エチレン/ $\alpha$ -オレフィン共重合体等が挙げられる。これらは、一種単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。ポリオレフィン樹脂中の残留塩素濃度は、蛍光X線法により測定する。測定には、通常の蛍光X線分析装置を使用することができる。本発明で用いる（B）成分の環状リン酸エステル化合物は、一般式（1）、（2）又は（3）

【0008】

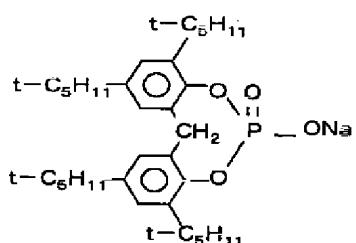
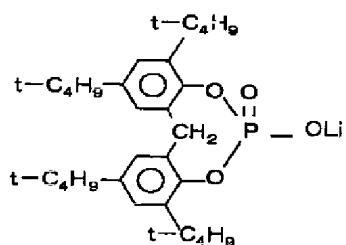
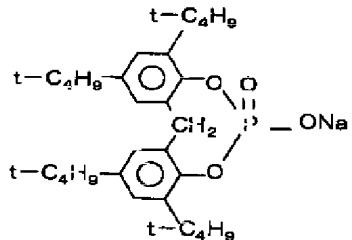
【化3】



【0009】(式中、R<sup>1</sup> は直接結合、硫黄原子又は炭素数1～9のアルキレン基若しくはアルキリデン基を示し、R<sup>2</sup>，R<sup>3</sup>，R<sup>4</sup> 及びR<sup>5</sup> は水素原子又は炭素数1～8のアルキル基を示し、M<sup>1</sup> は1～3価の金属原子を示し、nはM<sup>1</sup> の価数である。)で表されるものである。R<sup>1</sup> としてはメチレン基が好ましく、R<sup>2</sup>，R<sup>3</sup>，R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup> としてはt-ブチル基が好ましく、M<sup>1</sup> としてはナトリウム、リチウム、カリウム、マグネシウム及びアルミニウムが好ましい。一般式(1)で表される環状リン酸エステル化合物としては、ナトリウム-2,

2' -メチレンビス(4, 6-ジ-t-ブチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2' -エチリデンビス(4, 6-ジ-t-ブチルフェニル)フォスフェート、リチウム-2, 2' -メチレンビス(4, 6-ジ-t-ブチルフェニル)フォスフェート、リチウム-2, 2' -エチリデンビス(4, 6-ジ-t-ブチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2' -エチリデンビス(4-i-プロピル-6-t-ブチルフェニル)フォスフェート、リチウム-2, 2' -メチレンビス(4-メチル-6-t-ブチルフェニル)フォスフェ

ート、リチウム-2, 2'-メチレンビス(4-エチル-6-テープチルフェニル)フォスフェート、カルシウムビス[2, 2'-チオビス(4-メチル-6-テープチルフェニル)フォスフェート]、カルシウムビス[2, 2'-チオビス(4-エチル-6-テープチルフェニル)フォスフェート]、カルシウムビス[2, 2'-チオビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、マグネシウムビス[2, 2'-チオビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、マグネシウムビス[2, 2'-チオビス(4-テオクチルフェニル)フォスフェート]、ナトリウム-2, 2'-ブチリデンビス(4, 6-ジメチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2'-ブチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2'-テオクチルメチレンビス(4, 6-ジメチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2'-テオクチルメチレンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート、カルシウムビス[2, 2'-メチレンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、マグネシウムビス[2, 2'-メチレンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、バリウムビス[2, 2'-メチレンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、ナトリウム-2, 2'-メチレンビス(4-メチル-6-テープチルフェニル)フォスフェー

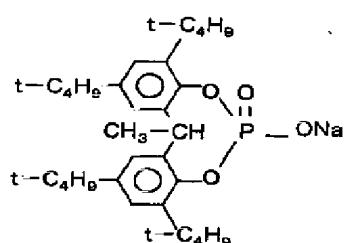
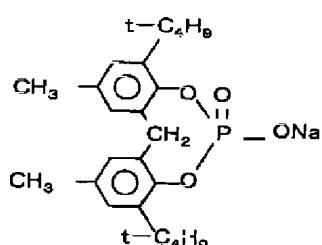
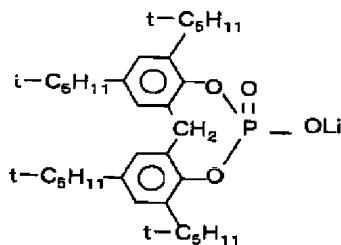


【0011】一般式(2)で表される環状リン酸エステ

ト、ナトリウム-2, 2'-メチレンビス(4-エチル-6-テープチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム(4, 4'-ジメチル-6, 6'-ジテープチル-2, 2'-ビフェニル)フォスフェート、カルシウムビス[(4, 4'-ジメチル-6, 6'-ジテープチル-2, 2'-ビフェニル)フォスフェート]、ナトリウム-2, 2'-エチリデンビス(4-s-ブチル-6-テープチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2'-メチレンビス(4, 6-ジメチルフェニル)フォスフェート、ナトリウム-2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート、カリウム-2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート、カルシウムビス[2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、マグネシウムビス[2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、バリウムビス[2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、アルミニウムトリス[2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]、アルミニウムトリス[2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジテープチルフェニル)フォスフェート]及び下記式で示されるもの等が挙げられる。

【0010】

【化4】

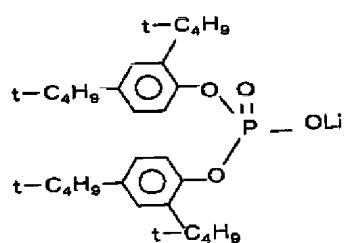
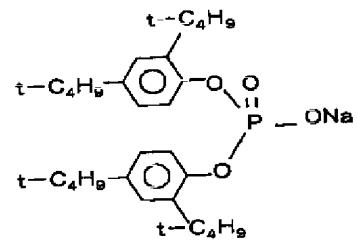


ル化合物としては、下記式で示されるもの等が挙げられ

る。

【0012】

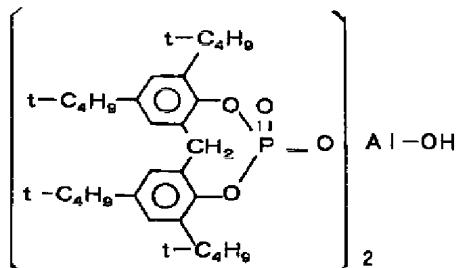
【化5】



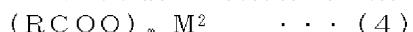
【0013】一般式(3)で表される環状リン酸エステル化合物としては、下記式で示されるもの等が挙げられる。環状リン酸エステル化合物は、一種単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0014】

【化6】



【0015】本発明のポリオレフィン系樹脂組成物において、環状リン酸エステル化合物の含有量は100～5000 ppmであるが、200～2000 ppmが好ましい。環状リン酸エステル化合物が100 ppm未満であると、十分な造核効果を得ることができず、また、5000 ppmを超えて、添加量に見合う効果が得られるものではなく、コスト高となってしまう。本発明で用いる(C)成分の金属石鹼は、一般式(4)



(式中、Rは炭素数が8～23で、炭素一炭素不飽和結合の数が3以下の不飽和又は飽和炭化水素残基を示し、M<sup>2</sup>は周期律表第2、3、12又は13族の金属元素を示し、mはM<sup>2</sup>の価数である。)で表されるものである。一般式(4)において、Rの炭素数が8未満であると、ポリオレフィン樹脂との相溶性が不良であって、その滲出によりポリオレフィン製品の表面がべたつくという問題が生じる。Rの炭素数が23を超えると、炭素数

の増大と共に効果が急激に低下する。また、炭素一炭素不飽和結合の数が3を超えると、熱劣化防止効果が低下する。M<sup>2</sup>が周期律表第1、11族の金属元素であると、金属石鹼の水溶性が大きくなり、好ましくない。M<sup>2</sup>が周期律表第4～10族又は第14族以上の金属元素、例えば鉄、コバルト又はニッケル等であると、金属石鹼をポリオレフィン樹脂に配合したときにポリオレフィン樹脂の劣化を促進して、その機械的強度を低下させたり、劣化により退色を引き起こすので不適当である。なお、一つの金属石鹼においてm個の脂肪酸部分は同一であっても異なっていてもよい。好ましい脂肪酸としては、ラウリル酸(n-C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>; Rを示す、以下同様)、ミリスチン酸(n-C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>)、パルミチン酸(n-C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>)、ステアリン酸(n-C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>)、オレイン酸(n-C<sub>17</sub>H<sub>33</sub>)、リノール酸(n-C<sub>17</sub>H<sub>30</sub>)、リノレイン酸(n-C<sub>17</sub>H<sub>28</sub>)が挙げられる。また、M<sup>2</sup>としては、ベリリウム、マグネシウム、カルシウム、亜鉛、アルミニウムなどが挙げられ、本発明においてはカルシウムが好ましい。金属石鹼は、一種単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0016】本発明において、(C)成分の金属石鹼は、蛍光X線法により検出される(A)成分中の残留塩素濃度をX(重量ppm)、該組成物中の(B)成分の濃度をY(重量ppm)、(C)成分の濃度をZ(重量ppm)及び(C)成分の分子量をBとしたときに、下記式

$$(X \times B) / 71 \leq Z < 2Y$$

を満たす量を配合する。Zが(X×B)/71未満であると、ポリオレフィン樹脂中の残留塩素と(B)成分の環状リン酸エステル化合物が反応してしまう。また、Zが2Y以上であると、金属石鹼と環状リン酸エステル化合物が反応しまい、環状リン酸エステルの添加効果が低下してしまう。本発明のポリオレフィン系樹脂組成物には、上記必須成分に加え、必要に応じて各種の添加剤、例えば酸化防止剤、無機系充填剤、紫外線吸収剤、耐候剤などを添加してもよい。また、本発明のポリオレフィン系樹脂組成物は、上記必須成分及びその他の添加成分を、公知の方法で混合することにより製造することができる。本発明のポリオレフィン系樹脂組成物は、各種射出成形品やシートの成形に用いることができる。

【0017】

【実施例】次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

実施例1～6、比較例1～10

(1) ポリプロピレンの製造

(固体触媒成分の調製) 窒素で置換した内容積5リットルの攪拌機付きの三つ口フラスコに、脱水処理したヘプタン600ミリリットル、ジエトキシマグネシウム16

0 gを加えた。40°Cに加熱し、四塩化ケイ素24ミリリットルを加えて20分間攪拌した後、フタル酸ジエチル23ミリリットルを添加した。この溶液を80°Cまで昇温し、引き続き四塩化チタンを770ミリリットル滴下し、内温110°Cで、2時間攪拌した。その後、攪拌を停止して固体を沈降させ、上澄みを抜き出した。90°Cの脱水ヘプタンを用いて7回洗浄を行なった。次に、四塩化チタンを1220ミリリットル加え、内温110°Cで、2時間攪拌した。その後、攪拌を停止して固体を沈降させ、上澄みを抜き出した。60°Cの脱水ヘプタンによる洗浄を7回繰り返し、固体触媒成分を得た。

(予備重合触媒の調製) 窒素で置換した内容積1リットルの攪拌機付きの三つ口フラスコに、上記固体触媒成分48gと脱水ヘプタン400ミリリットルを添加した。40°Cに昇温し、トリエチルアルミニウム2.0ミリリットルとジシクロベンチルジメトキシシラン6.3ミリリットルを加えた。その後、プロピレンガスを流通させ、2時間反応させた。その後、脱水ヘプタンを用いて十分に洗浄を行い、予備重合触媒を得た。

(ポリプロピレンの製造) 十分に乾燥させた内容積5リットルの、投入管付きステンレス鋼製オートクレーブに脱水ヘプタン1800ミリリットル、トリエチルアルミニウム10ミリモル、ジシクロベンチルジメトキシシラン1.25ミリモルを加え、80°Cに昇温し、分圧が0.2 MPa・Gとなるように水素を導入し、その後、プロピレンを導入して全圧を0.8 MPa・Gとした。投入管に脱水ヘプタン100ミリリットル、チタン換算で0.1ミリモルの予備重合触媒を入れ、圧バランスによりオートクレーブ内に導入した。全圧が0.8 MPa・Gとなるようにプロピレンを導入しながら、1時間重合を行なった。その後、降温し、脱圧し、内容物をろ過し、真空乾燥させて無脱灰のポリプロピレン(PP)を得た。後述する方法によりPP中の塩素濃度を測定したところ、80 ppmであった。

(塩素濃度の調整) 上記と同様にしてプロピレンを1時間重合した後、降温し、脱圧し、内容物をメタノール中に投入し、ろ過し、真空乾燥させて塩素濃度を調整したPPを得た。

#### 【0018】(2) 高密度ポリエチレンの製造

(固体触媒成分の調製) 窒素で置換した内容積5リットルの攪拌機付き反応槽に、金属マグネシウム80g、エタノール1210g及びヨウ素1gを投入し、攪拌しながら、還流条件下で系内から水素ガスの発生がなくなるまで反応させ、固体生成物を得た。この固体生成物を減圧乾燥させた後、ステンレス鋼製ボールミルに入れて10時間粉碎した。窒素で置換した内容積5リットルの攪拌機付きの三つ口フラスコに、上記粉碎した固体生成物150g及び脱水処理したヘキサン3500ミリリットルを加え、攪拌下で四塩化ケイ素38ミリリットル及びエタノール38ミリリットルを加えて70°Cで2時間反

応を行なった。次に、四塩化チタンを200ミリリットル加えて、70°Cで6時間攪拌した後、ヘキサンを用いて洗浄し、固体触媒成分を得た。

(高密度ポリエチレンの製造) 内容積200リットルの攪拌機付き重合装置に、エチレン6 kg/hr、ヘキサン16.7リットル/hr、水素5.5リットル/hrの割合で連続的に供給するとともに、上記固体触媒成分をチタン原子換算で0.9ミリモル/hr及びトリイソブチルアルミニウムを20ミリモル/hrの速度で導入し、重合温度80°C、重合圧力0.4 MPa・G、滞留時間2.4時間の条件で重合を行なった。得られた高密度ポリエチレン(HDPE)をメタノール処理することにより、HDPEの塩素濃度を50 ppmに調整した。

【0019】上記で得られたPP及びHDPEを、環状リン酸エステル化合物としてアデカスタブ NA-11(旭電化社製、一般式(1)においてR<sup>1</sup>がメチレン基、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>がt-ブチル基、M<sup>1</sup>がナトリウムのもの)又はアデカスタブ NA-21(旭電化社製、一般式(3)においてR<sup>1</sup>がメチレン基、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>がt-ブチル基、M<sup>1</sup>がアルミニウムのもの)を、金属石鹼としてステアリン酸カルシウム(分子量: 607)を用いた。上記ポリプロピレン又はポリエチレン100重量部に、アデカスタブ NA-11又はアデカスタブ NA-21及びステアリン酸カルシウムを表1～表5

(ppmは重量ppmを示す。)に示す割合で加え、更に酸化防止剤として、イルガノックス1010(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製)を0.1重量部及びイルガフォス168(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製)を0.1重量部加え、十分に混合した後、40mm単軸押出機にて溶融混練及び造粒してペレットを作製した。このペレットを用いて下記の方法により、腐食性、結晶化温度及び曲げ弾性率を測定した。また、ポリプロピレン及びポリエチレン中の塩素濃度を下記の方法により測定した。

#### 【0020】(1) 塩素濃度測定

ポリマー約10gを190～230°Cにおいてプレスし、円盤状のシートを作製した後、理学電気社製の全蛍光X線分析装置システム3270を用いて測定した。

#### (2) 腐食試験

十分に磨いた軟鋼板に厚さ5mmのスペーサーを介してペレットを載せ、実際の成形温度に近い温度(約250°C)に加熱したプレス成形機を用い、0.1～0.3 MPaの圧力で一定時間保持した。その後、冷却プレスし、軟鋼板から樹脂を剥ぎ取り、軟鋼板を、25°C、相対湿度100%に保った容器中に1週間放置した。軟鋼板表面の発錆状態を標準板(発錆度0～4)と比較し、評価した。発錆度0は錆無し、発錆度4は全面に顕著に錆が発生した状態を示す。

#### (3) 結晶化温度

ペレット約10gをアルミニウム製パンに入れてクリン

アシ、パーキンエルマー社製のDSC 7を用いて測定した。40°Cから220°Cまで、10°C/分で昇温し、220°Cで3分間保持した後、40°Cまで10°C/分で降温し、40°Cで3分間保持した。さらに、10°C/分で220°Cまで昇温し、降温時の発熱ピークのピークトップを結晶化温度とした。

## 【4】曲げ弾性率

上記ペレットを用い、下記の条件で射出成形して試験片

|                      |           | 比較例1        | 実施例1        | 比較例2        |
|----------------------|-----------|-------------|-------------|-------------|
| ポリオレ<br>フィン系<br>樹脂   | 種類        | PP          | PP          | PP          |
|                      | 塩素量 (ppm) | 20          | 20          | 20          |
| 環状リン<br>酸エステ<br>ル化合物 | 種類        | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  |
|                      | 添加量 (ppm) | 500         | 500         | 500         |
| 金属石鹼                 | 種類        | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム |
|                      | 添加量 (ppm) | 100         | 250         | 1000        |
| 発鏡度                  |           | 2           | 0           | 0           |
| 結晶化温度 (°C)           |           | 122         | 127         | 125         |
| 曲げ弾性率 (MPa)          |           | 1800        | 2180        | 1980        |

【0022】

【表2】

|                      |           | 比較例3        | 実施例2        | 実施例3        | 比較例4        |
|----------------------|-----------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| ポリオレ<br>フィン系<br>樹脂   | 種類        | PP          | PP          | PP          | PP          |
|                      | 塩素量 (ppm) | 80          | 80          | 80          | 80          |
| 環状リン<br>酸エステ<br>ル化合物 | 種類        | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  |
|                      | 添加量 (ppm) | 1000        | 1000        | 1000        | 1000        |
| 金属石鹼                 | 種類        | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム |
|                      | 添加量 (ppm) | 200         | 700         | 1500        | 3000        |
| 発鏡度                  |           | 2           | 0           | 0           | 0           |
| 結晶化温度 (°C)           |           | 125         | 131         | 132         | 127         |
| 曲げ弾性率 (MPa)          |           | 1800        | 2300        | 2310        | 2110        |

【0023】

【表3】

|                      |           | 比較例5        | 実施例4        | 比較例6        |
|----------------------|-----------|-------------|-------------|-------------|
| ポリオレ<br>フィン系<br>樹脂   | 種類        | HDPE        | HDPE        | HDPE        |
|                      | 塩素量 (ppm) | 50          | 50          | 50          |
| 環状リン<br>酸エステ<br>ル化合物 | 種類        | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  | アカスタ NA-11  |
|                      | 添加量 (ppm) | 1000        | 1000        | 1000        |
| 金属石鹼                 | 種類        | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム | ステアリン酸カルシウム |
|                      | 添加量 (ppm) | 300         | 500         | 2000        |
| 発鏡度                  |           | ?           | 0           | 0           |
| 結晶化温度 (°C)           |           | 110         | 116         | 113         |
| 曲げ弾性率 (MPa)          |           | 1200        | 1400        | 1300        |

【0024】

【表4】

|                      |           | 比較例7         | 実施例5         | 比較例8         |
|----------------------|-----------|--------------|--------------|--------------|
| ポリオレ<br>フィン系<br>樹脂   | 種類        | PP           | PP           | PP           |
|                      | 塩素量 (ppm) | 80           | 80           | 80           |
| 環状リン<br>酸エステ<br>ル化合物 | 種類        | アデカスタブ NA-21 | アデカスタブ NA-21 | アデカスタブ NA-21 |
|                      | 添加量 (ppm) | 500          | 500          | 500          |
| 金属石鹼                 | 種類        | ステアリン酸カルシウム  | ステアリン酸カルシウム  | ステアリン酸カルシウム  |
|                      | 添加量 (ppm) | 200          | 700          | 3000         |
| 発鏡度                  |           | 2            | 0            | 0            |
| 結晶化温度 (°C)           |           | 120          | 125          | 123          |
| 曲げ弾性率 (MPa)          |           | 1800         | 2050         | 1930         |

注) アデカスタブ NA-21の添加量は、アデカスタブ NA-21に含まれる環状リン酸化合物の添加量である。

【0025】

【表5】

|                      |           | 比較例9         | 実施例6         | 比較例10        |
|----------------------|-----------|--------------|--------------|--------------|
| ポリオレ<br>フィン系<br>樹脂   | 種類        | PP           | PP           | PP           |
|                      | 塩素量 (ppm) | 10           | 10           | 10           |
| 環状リン<br>酸エステ<br>ル化合物 | 種類        | アデカスタブ NA-11 | アデカスタブ NA-11 | アデカスタブ NA-11 |
|                      | 添加量 (ppm) | 500          | 500          | 500          |
| 金属石鹼                 | 種類        | ステアリン酸カルシウム  | ステアリン酸カルシウム  | ステアリン酸カルシウム  |
|                      | 添加量 (ppm) | 50           | 200          | 1000         |
| 発鏡度                  |           | 1            | 0            | 0            |
| 結晶化温度 (°C)           |           | 121          | 126          | 124          |
| 曲げ弾性率 (MPa)          |           | 1800         | 2200         | 2000         |

【0026】

は、物性と耐腐食性とのバランスに優れるものである。

【発明の効果】本発明のポリオレフィン系樹脂組成物

フロントページの続き

(72)発明者 手嶋 英雄

千葉県市原市姉崎海岸1番地1

(72)発明者 東 泰

千葉県市原市姉崎海岸1番地1

(72)発明者 辻田 康治

千葉県市原市姉崎海岸1番地1

Fターム(参考) 4J002 BB031 BB051 BB121 BB151

EG037 EG047 EW046 FD177

FD206